

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



(19)

(11) Publication number: **06136461 A**

Generated Document.

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**(21) Application number: **04287885**(51) Intl. Cl.: **C22B 9/02 C22B 7/00 C22B 59/00**(22) Application date: **26.10.92**

(30) Priority:

(43) Date of application publication: **17.05.94**

(84) Designated contracting states:

(71) Applicant: **SHOWA DENKO KK**(72) Inventor: **AOYANAGI MITSUO  
TAMAMURA HIDEO**

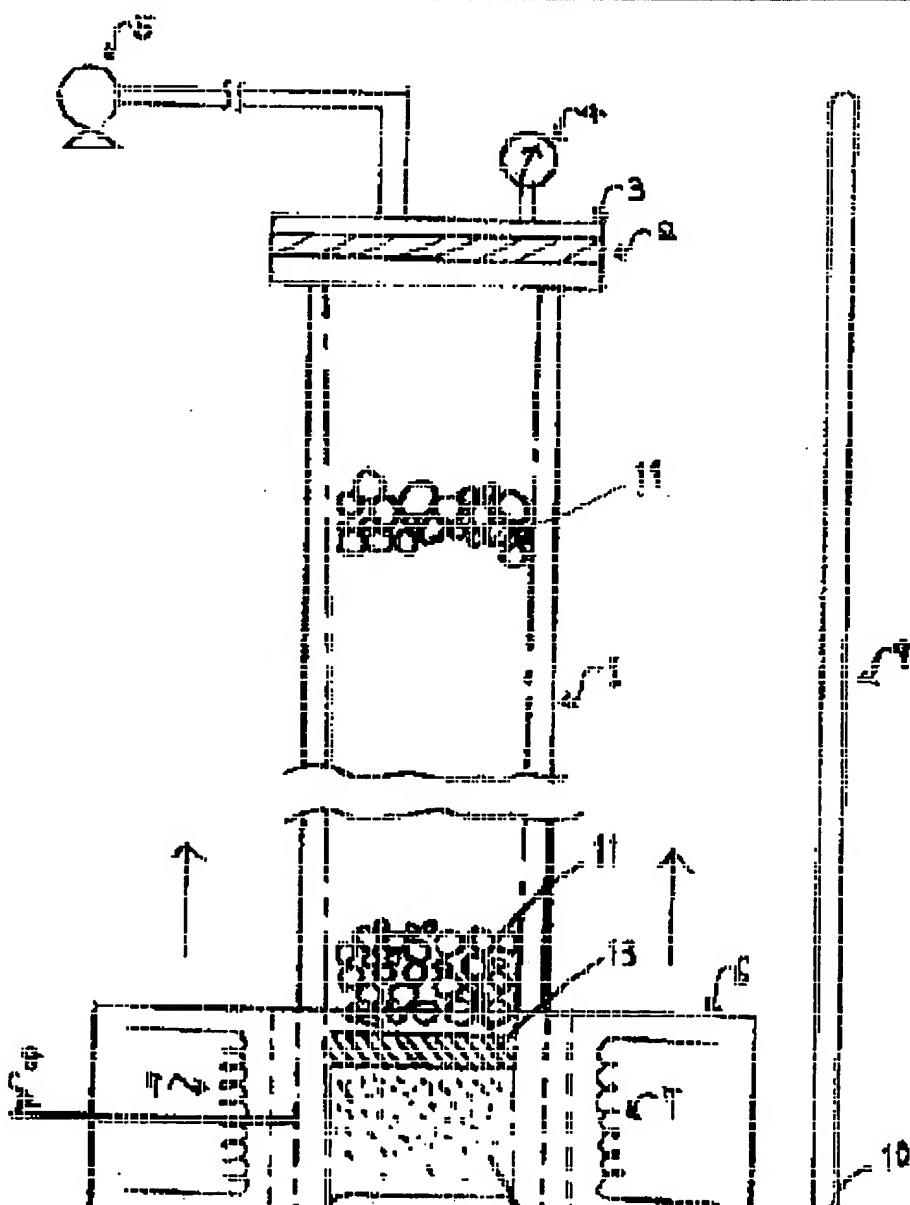
(74) Representative:

**(54) METHOD FOR REGENERATING METAL**

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To easily separate and recover metal from metal oxides by heating and melting a mixture composed of metals having a low m.p. and high sp.gr. and metal oxides having a high m.p. and low sp.gr. by a zone melting system.

**CONSTITUTION:** Raw materials 11 consisting of the mixture composed of the rare earth metals, such as mischmetals, Sm and Nd, and nonmetals, such as the oxides thereof, are packed into a circular vessel 1 for melting. A nonoxidative atmosphere is maintained in this vessel by discharging the air in the vessel by a vacuum pump 5 connected to an upper flange 3. An externally heated furnace 6 having heaters 7 on the outer side of the vessel 1 is vertically



movably disposed along a  
lifter supporting base 9. This  
externally heated furnace 6 is  
disposed in the lower part of  
the cylindrical vessel 1 to  
heat the vessel 1, by which  
the raw materials in the lower  
part of the vessel 1 are  
heated. The rare earth metals  
are lower in m.p. than the  
oxides thereof and, therefore,  
these metals melt and settle,  
thereby forming a molten  
metal layer 12. The oxides of  
the high m.p. and the small  
sp.gr. float to form a float  
layer 13. The  
above-mentioned reaction is  
continued by gradually rising  
the externally heated furnace  
6. A solidified layer 14 of the  
rare earth metals is recovered  
in the lower part.

COPYRIGHT:  
(C)1994,JPO&Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-136461

(43)公開日 平成6年(1994)5月17日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 2 2 B 9/02

7/00

59/00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

F

審査請求 未請求 請求項の数2(全4頁)

(21)出願番号

特願平4-287885

(22)出願日

平成4年(1992)10月26日

(71)出願人 000002004

昭和電工株式会社

東京都港区芝大門1丁目13番9号

(72)発明者 青柳 光雄

埼玉県秩父市大字下影森1505番地 昭和電  
工株式会社秩父工場内

(72)発明者 玉村 英雄

埼玉県秩父市大字下影森1505番地 昭和電  
工株式会社秩父工場内

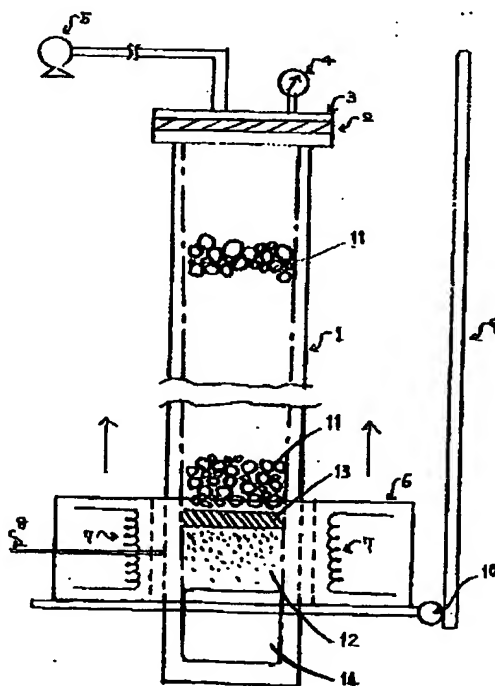
(74)代理人 弁理士 寺田 寛

(54)【発明の名称】 金属の再生方法

(57)【要約】

【目的】 金属と非金属の混合物を分離精製し、回収した金属の鋳塊を得る方法を提供する。

【構成】 金属と非金属の混合物を縦型の円筒状溶解容器に入れ、溶解容器の外側に移動可能な外熱炉を配置し、内容物を部分的に溶解させて金属と非金属を分離させつつ外熱炉を上方に移動させ、容器下部に精製金属塊を得る。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属と非金属の混合物を堅型溶解容器に入れ、溶解容器の外側に配置した可動性外熱炉によりの装入物を加熱溶解させ、外熱炉を時間経過とともに徐々に上方に引上げつつ溶解帯を移動させながら金属と非金属を比重差を用いて分離すると同時に、金属塊を得ることを特徴とする金属の再生方法。

【請求項2】 金属が希土類金属又は合金であることを特徴とする請求項1記載の金属の再生方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は金属の製造に関するもので、特に金属と非金属の混合物を安価に分離精製することにより、経済的に価値のある形状の製品を製造する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】金属屑の再生方法あるいは金属と非金属の分離精製方法としては、再溶解する方法が最も簡便な方法である。金属と非金属の混合物を分離精製する方法は種々知られているが、いずれもその分離精製コストが大きいことが欠点であった。本発明は極めて安価に分離精製する方法を提供するものであり、特に希土類金属と希土類金属酸化物との混合物の分離精製に効果的である。例えば希土類金属のように活性な金属は長時間大気中に保管していると、金属表面の一部が酸化して金属と酸化物の混合物となる。この場合の酸化物は金属からみると不純物が混入していることと同じ効果をもたらすので、そのままでは使用できない場合が多く分離精製する必要が生ずる。また金属とスラグの混合物より金属のみを回収したい場合も同様である。又、金属の切断片や粉体が製造工程や機械加工の過程で発生し、これらの金属を経済的に有用な形状のものに再生する必要が生じるが、本発明はこのような再生工程にも適用できる。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】このような場合は金属のみ又はスラグのみを回収することが必要になるが、この時に経済的に成立つ条件として回収した金属又はスラグの経済的な価値よりも、回収コストが少ないことが条件になる。金属を回収する場合も単に再溶解しただけでは足りず、次の加工に便利な形状になっていることが要求される。従って回収する金属が高価な金属は従来の方法で回収することが経済的に可能であるが、回収する金属が比較的安価な場合は、回収した金属の価格よりも金属の回収費用が高くなるので経済的に成立たない為に、そのまま放置又は破棄されることになる。本発明はこのような問題を解決して、安価に有用な金属又は化合物（スラグ）を再生し、回収する技術的解決方法を提供するものである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】金属とスラグ等の混合物

より安価に金属とスラグ等を分離精製でき、同時に金属を再生することができる本発明の方法について説明する。金属と非金属の混合物を堅型の溶解容器に入れる。この場合溶解容器の形状は必ずしも制限はないが、外部加熱手段や再生後の加工を考慮すると円筒状が最も好ましい。簡単に説明する為に一応この形状であるとして説明する。又容器の材料は金属又はスラグ等の双方の融点以上に耐える材料であることが必要である。この溶解容器の材料の一例としてSUS製の溶解容器を採用した例

10

で説明する。もちろん溶解容器の内側を耐火材でライニングしたものでも良い。溶解容器内側はわずかにテーパを付けておくことと抜取りに便利である。この混合物を入れた円筒状のSUS容器の外側に、円筒状のヒーターを配置する。このヒーター温度を、SUS容器に入れた金属の融点以上に維持する。

20

【0005】すると加熱帯の原料が溶融し、通常非金属は融点が高く比重は小さいので溶融金属上部に浮上し、溶融帯下部は清浄な金属のみとなる。この状態を保ちながら外熱炉を徐々に上方に移動させる。溶融帯は上々に移動し、下部の金属層は外熱炉の加熱ゾーンから外れるので徐々に凝固し、清浄な金属インゴットが得られる。

30

【0006】外熱炉が最上部に持上がった時点では非金属が集まり、そのまま冷却すればたとえばスラグのインゴットが得られ、バラストとして再利用できるようになる。又、溶解容器下部には金属インゴットが得られ、冷却後容器を反転すれば円柱状の金属が得られ、以後の切削、圧延加工に付すことができる。

40

【0007】純度の低い原料を処理する場合、融点が低く粘性の小さい精錬効果の大きいフラックスをあらかじめ加えておくのも有効である。このようなフラックスとしてはCaO、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、CaF<sub>2</sub>等を含む組成物から目的に応じて選択することができる。

【0008】又高温で酸化しやすい活性金属の精製には、混合物を入れた容器の上方を真空ポンプに接続する等の処置により溶解容器内を真空にして、同様の操作により酸化反応を防止しながら分離精製することも可能である。あるいは不活性雰囲気にしてもよい。つまり本発明により酸化しやすい活性金属の精製も簡単にすることが出来るのである。たとえばミッシュメタルやサマリウム、ネオジム等の希土類金属、アルミニウム、マグネシウム、チタニウム等の酸化し易い金属の回収処理に有効である。又本発明は金属の粉体または粉体と切断片等より固形の金属を回収する方法としても有効であり、特に活性金属の金属回収方法としても効果的である。

## 【0009】

【作用】本発明はゾーンメルティング方式を活用して、金属と非金属の混合物原料を溶融し、非金属を浮上分離させながら徐々に溶融ゾーンを上方に移動させ、下部に清浄な金属インゴットを得るものである。

## 【0010】

## 【実施例】

## 実施例1

金属と酸化物の混合物より金属を分離精製し回収した例  
本発明に使用する設備の一例を図1に示した。図1において、溶解容器(1)として既製のSUS管を用いて内部にテーパ加工を施し、下方を溶接密閉化して上部は

取外し可能なフランジ(3)を作成して耐熱パッキン

(2)で真空もれを防ぎ、かつ上部から真空ポンプ

(5)により吸引することにより溶解容器(1)内を真空で使用できるようにした。フランジ(3)の上部には真空計(4)を取付け、溶解容器の中の真空度がチェックできるようにした。この溶解容器(1)の一部が加熱できるように管状の外熱炉(6)を取付け、この中央部分に溶解容器(1)の反応部分の温度が測定できるように熱電対(8)を設置した。熱電対(8)で検出した温度により、外熱炉(6)のヒーター(7)を制御して反応部分の温度を一定に維持できるようにした。管状の外熱炉(6)をリフター支持台(9)にのせ、リフターは自動的にモーターで昇降できるようにした。

【0011】溶解容器(1)の形状は、精製回収後のミッシュメタルの要求形状に合わせてほぼ直径100mmの円柱状になるようにSUS管で作成した。図1の装置を使用して溶解容器(1)の上部のフランジ(3)をはずして、SUS管でできた溶解容器(1)の中に表面と内部の一部が酸化したミッシュメタル、つまりミッシュメタル金属とその酸化物の混合物を入れた。その後に溶解容器(1)の上部に耐熱パッキン(2)とフランジ

(3)を取付けて真空ポンプ(5)により真空中に吸引した。真空度を確認した後に外熱炉(6)の温度を昇温させて750℃で1時間保持した後、1時間当たり20cmの速さで外熱炉(6)を上昇させた。又真空度は-750mm/Hg以下に保持した。外熱炉(6)の上部が溶解容器(1)の上部まで到達した時点で1時間保持した後外熱炉(6)のヒーター(7)を切り放冷した。

【0012】この後上部のフランジ(3)を取外した後にSUS管でできた溶解容器(1)を転倒させインゴットを取出した。インゴットは下方にミッシュメタルが、上方は酸化物がきれいに分離して析出していた。下方に析出したインゴットを切断して調査したが酸化物は検出されず、きれいなミッシュメタルになって回収された。又回収したミッシュメタルは次工程の要求形状である円柱状になっているのでそのまま切削加工用に使用できた。

## 【0013】実施例2

スラグと金属の混合物から金属を分離精製して金属を再生回収した例

図1の装置を用いて上部のフランジ(3)をはずして溶解容器(1)の中にスラグとNd-Fe合金の混合物を入れた。その後に溶解容器(1)の上部に耐熱パッキン(2)とフランジ(3)を取付けて真空ポンプ(5)に

より真空中に吸引した。真空度を確認した後、外熱炉

(6)の温度を昇温させて850℃で1時間保持した後1時間当たり10cmの速さで外熱炉(6)を上昇させた。又真空度は-740mm/Hg以下に保持した。外熱炉(6)の上部が溶解容器(1)の上部まで到達した時点で1時間保持した後、外熱炉(6)のヒーター(7)を切り放冷した。この後上部のフランジ(3)を取外し、溶解容器(1)を転倒させインゴットを取出した。インゴットは下方にNd-Fe合金が、上方にスラグがきれいに分離して析出していた。下方に析出したインゴットを切断して調査したがスラグは検出されず、きれいなNd-Fe合金になって回収された。

## 【0013】参考例

活性な金属の粉体と切断片より金属を再生した例

Nd-Fe合金のような活性な金属の粉体または小さな切断片は、そのまま溶融しても急激に燃焼して金属の回収はできない。このようなものも本発明の利用により下記のように回収可能となる。図1の装置を用いて上部のフランジ(3)をはずして溶解容器(1)の中にNd-Fe合金の粉体又は小さな切断片を入れた。その後に溶解容器(1)の上部に耐熱パッキン(2)とフランジ(3)を取付けて真空ポンプ(5)により真空中に吸引した。真空度を確認した後に外熱炉(6)の温度を昇温させて900℃で1時間保持した後1時間当たり30cmの速さで外熱炉(6)を上昇させた。又真空度は-740mm/Hg以下に保持した。外熱炉(6)の上部が溶解容器(1)の上部まで到達した時点で外熱炉(6)のヒーター(7)を切り放冷した。この後上部のフランジ(3)を取外した後に、溶解容器(1)を転倒させインゴットを取出した。下方に析出した金属を切断して調査したが粉体等は検出されず、きれいなNd-Fe合金メタルになって回収された。

## 【0014】

【発明の効果】実施例に反応例の一部を示したが、本発明を採用することにより以下のような優れた効果を得ることができる。

1) 金属等の再生利用に要する費用が、従来法に比較して大変安価である。

2) 金属等の再生利用に要する設備が簡単で安価である。

3) 従来の再生法では有効利用方法がなかった比較的安価な金属も、経済合理性にあった再生利用が可能になる。

4) 再生利用の為の設備の操作が簡単である。

5) 比較的少量でも経済的に再生できる。

6) 従来法では再生方法が難しかった活性金属の再生ができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を実施するための具体的な装置の一例を示す図である。

## 【符号の説明】

- 1 溶解容器
- 2 耐熱バッキン
- 3 上部フランジ
- 4 真空計
- 5 真空ポンプ
- 6 外熱炉
- 7 ヒーター

- 8 熱電対
- 9 リフター支持台
- 10 リフター昇降部分
- 11 金属非金属混合物
- 12 熔融金属層
- 13 非金属浮上物層
- 14 凝固回収金属

【図1】

